

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **06211549 A**(43) Date of publication of application: **02.08.94**

(51) Int. Cl

C03C 27/12(21) Application number: **05006681**(71) Applicant: **SEKISUI CHEM CO LTD**(22) Date of filing: **19.01.93**(72) Inventor: **YOSHIOKA TADAHICO****(54) INTERMEDIATE FILM FOR LAMINATED GLASS AND LAMINATED GLASS**

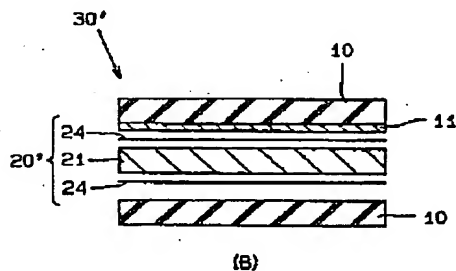
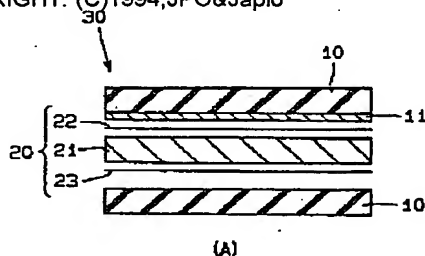
obtain the laminated glass 30'.

COPYRIGHT: (C)1994,JPO&Japio

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain a laminated glass without the adhesion being lowered with time by the outdoor exposure and temp., excellent in lead-through resistance and scattering preventiveness of glass and having heat reflectivity, etc.

CONSTITUTION: An adhesion control layer 22 consisting of a polar modified silicone oil is formed on one side of a base layer 21 consisting of a plasticized polyvinyl acetal resin, and an adhesion strength control layer 23 consisting of a nonpolar modified silicone oil is formed on the other side to obtain an intermediate film 20. A glass sheet 10 and a glass sheet 10 with a metal oxide or metal layer 11 formed on the inner surface are bound together so that the adhesion strength control layer 22 is abutted on the metal oxide or metal layer 11 to obtain a laminated glass 30. Otherwise, an adhesion strength control layer 24 consisting of a mixture of the polar modified silicone oil and nonpolar modified silicone oil is formed on both sides of the base layer 21 to obtain an intermediate film 20'. The intermediate film 20' is adhered between the two glass sheets 10 to



(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-211549

(43)公開日 平成6年(1994)8月2日

(51)Int.Cl.⁵
C 0 3 C 27/12識別記号 序内整理番号
D 8216-4G

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 9 頁)

(21)出願番号 特願平5-6681

(22)出願日 平成5年(1993)1月19日

(71)出願人 000002174

橋本化学工業株式会社

大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号

(72)発明者 言岡 忠彦

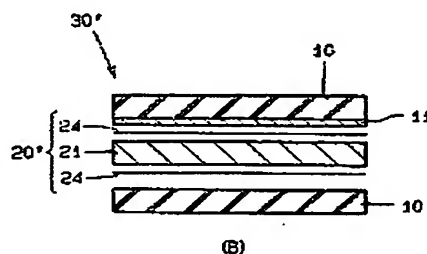
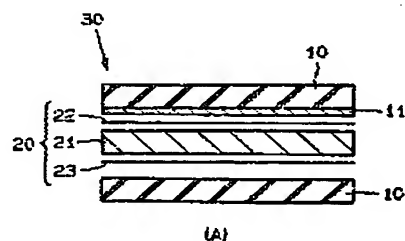
滋賀県甲賀郡水口町泉1259

(54)【発明の名称】 合わせガラス用中間膜及び合わせガラス

(57)【要約】

【目的】 屋外暴露や温度により経時で接着力の低下が殆どなく、耐湿性及びガラスの飛散防止性に優れ、熱線反射性等を有する合わせガラスを得る。

【構成】 可塑性ポリビニルアセタール樹脂からなる基層21の一面に、極性変成シリコンオイルからなる接着力調整層22を形成し、他面に非極性変成シリコンオイルからなる接着力調整層23を形成して中間膜20を得る。この中間膜20を、ガラス板10と、内面側に金属酸化物又は金属層11を形成したガラス板10との間に、金属酸化物又は金属層11に極性変成シリコンオイルからなる接着力調整層21が当接するように接着して合わせガラス30を得る。或いは、基層21の両面に、極性変成シリコンオイルと非極性変成シリコンオイルとの混合物からなる接着力調整層24を形成して中間膜20'を得る。この中間膜20'を、上記二枚のガラス板10の間に接着して合わせガラス30'を得る。



(2)

特開平6-211549

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 可塑性ポリビニルアセタール樹脂からなる基層と、この基層の一面に設けられた極性変性シリコンオイルからなる接着剤調整層と、基層の他面に設けられた非極性変性シリコンオイルからなる接着剤調整層とから構成されていることを特徴とする合わせガラス用中間膜。

【請求項2】 可塑性ポリビニルアセタール樹脂からなる基層と、この基層の両面に設けられた極性変性シリコンオイルと非極性変性シリコンオイルとの混合物からなる接着剤調整層とから構成されていることを特徴とする合わせガラス用中間膜。

【請求項3】 ガラス板と、内面側に金属酸化物層又は金属層が形成されたガラス板との間に、請求項1記載の合わせガラス用中間膜がその金属酸化物層又は金属層に極性変性シリコンオイルからなる接着剤調整層が当接するように接着されていることを特徴とする合わせガラス。

【請求項4】 ガラス板と、内面側に金属酸化物層又は金属層が形成されたガラス板との間に、請求項2記載の合わせガラス用中間膜が接着されていることを特徴とする合わせガラス。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は、特に耐貫通性及びガラスの飛散防止性に優れ、熱線反射性等の高機能を有する合わせガラスに用いる合わせガラス用中間膜及び合わせガラスに関する。

【0002】

【従来の技術】 ガラス板の間に、可塑性ポリビニルアセタール樹脂からなる中間膜が接着された合わせガラスは、透明性、耐候性、耐貫通性及びガラスの飛散防止性に優れ、自動車、航空機、建築物等のフロント窓ガラスに広く使用されている。

【0003】 この種の合わせガラスには、高度の耐貫通性及びガラスの飛散防止性が要求されている。これ等の性能を改善するには、ガラス板と中間膜との接着力を適度に調整する必要がある。

【0004】 すなわち、ガラス板と中間膜との接着力が小さ過ぎる合わせガラスでは、外部からの衝撃によってガラスが膜より割れて飛散し、逆にガラス板と中間膜との接着力が大き過ぎる合わせガラスでは、外部からの衝撃によってガラスと膜が共に破れて貫通する。

【0005】 ガラス板と中間膜との接着力を適度に調整するには、通常、中間膜に接着剤調整剤（衝撃強度増加剤と呼ばれることもある）を練り込んで含有させるか、或いは表面に付着させる方法が採用されている。もちろん、中間膜中の含水量も調節される。

【0006】 接着剤調整剤としては、一般にカルボン酸のアルカリ金属塩又はアルカリ土類金属塩、変性シリコ

2

ンオイル等が使用されている（例えば、特公昭45-32071号公報及び特公昭55-29950号公報参照）。

【0007】 ところで、近年、ガラス板の内側面に高機能を有する層を設け、選択光線透過性及び透明電導性等の高機能を付与した合わせガラスが提案されている。例えば、熱線反射ガラスや結露防止導電ガラス等であり、これら特殊な合わせガラスが建築物や自動車等に使用されはじめている。これらの特性は、主に高機能性の薄膜を真空蒸着法やスパッタリング法等によりガラス表面に形成することによって得られる。

【0008】 高機能を有する層の構成としては、例えば、建築物用熱線反射ガラスは、ガラス板の内側面に金属酸化物層（熱線反射層）を設けて構成されたものが多い。また、自動車用熱線反射ガラスでは、ガラス板の内側面に銀などの金属層を金属酸化物で被覆した層（熱線反射層）を設けて構成されたものが多い。他の高機能を有する層についても、いずれも金属酸化物層又は金属層で形成されている場合が多い。

【0009】 これら金属酸化物層又は金属層（熱線反射層）を用いた合わせガラスは、主に、ガラス板／熱線反射層／中間膜／ガラス板、ガラス板／中間膜／熱線反射シート／中間膜／ガラス板という構成であり、ガラス板又はシートに設けられている高機能層はそれを保護するために合わせガラスの内側に配置されている。それゆえ、金属酸化物又は金属層と中間膜とが当接することになる。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】 このような金属酸化物層又は金属層を有する合わせガラスにおいても、高度の耐貫通性及びガラスの飛散防止性が要求されており、これ等の性能を付与するためには、金属酸化物又は金属層と中間膜との接着力を適度に調整する必要がある。

【0011】 ところが、カルボン酸金属塩からなる接着剤調整剤を中間膜に練り込むか或いは表面に付着させたものは、金属酸化物層又は金属層のない通常の合わせガラスと異なり、屋外暴露や紫外線照射により経時で両者間の接着力が低下しやすく、衝撃等によりガラス板が中間膜より剥離しやすくなるという問題がある。

【0012】 また、変性シリコンオイルからなる接着剤調整剤を中間膜に練り込んだものは、屋外暴露や紫外線照射による経時変化は小さいが、温度により接着力の経時変化が大きくなり、衝撃などによりガラス板が中間膜より剥離しやすくなる。

【0013】 この接着力低下は、変性シリコンオイルが液体であり且つ樹脂及び可塑剤と完全に相溶しないため、金属酸化物層又は金属層と中間膜との界面に徐々にブリードしてくるためと考えられる。

【0014】 なお、変性シリコンオイルからなる接着剤調整剤を中間膜の表面に付着させたものは、熱線反射面

50

(3)

特開平6-211549

3

側（金属酸化物層又は金属層側）とガラス板側とで、中間膜とガラス板との接着力に著しい差異が生じ、耐食通性が悪くなるという問題がある。

【0015】この発明は、上記の問題を解決するものであり、その目的とするところは、屋外露置や紫外線照射及び温度により経時で接着力の低下が殆どなく、耐食通性及びガラスの発散防止性に優れ、熱反射性等の高機能性を有する合わせガラスに用いる合わせガラス用中間膜及び合わせガラスを提供することにある。

【0016】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するため、この発明は四つの発明から構成されている。請求項1の発明の合わせガラス用中間膜は、可塑化ポリビニルアセタール樹脂からなる基層と、この基層の一面に設けられた極性変性シリコンオイルからなる接着力調整層と、基層の他面に設けられた非極性変性シリコンオイルからなる接着力調整層とから構成されている。

【0017】請求項2の発明の合わせガラス用中間膜は、可塑化ポリビニルアセタール樹脂からなる基層と、この基層の両面に設けられた極性変性シリコンオイルと非極性変性シリコンオイルとの混合物からなる接着力調整層とから構成されている。

【0018】請求項3の発明の合わせガラスは、ガラス板と、内面側に金属酸化物層又は金属層が形成されたガラス板との間に、上記請求項1記載の合わせガラス用中間膜がその金属酸化物層又は金属層に極性変性シリコンオイルからなる接着力調整層が当接するように接着されている。

【0019】請求項4の発明の合わせガラスは、ガラス板と、内面側に金属酸化物層又は金属層が形成されたガラス板との間に、上記請求項2記載の合わせガラス用中間膜が接着されている。

【0020】この発明に用いる中間膜の基層は、ポリビニルアセタール樹脂に可塑剤を含有させた可塑化ポリビニルアセタール樹脂からなる。このポリビニルアセタール樹脂としては、従来合わせガラスの中間膜に用いられている種々の樹脂、例えば、ポリビニルアルコールを炭素数4～10のアルデヒドでアセタール化した樹脂が使用される。

【0021】特に、ブチラール化度60～70モル%、重合度1000～2000のポリビニルブチラール樹脂を用いた中間膜が好適に使用される。中間膜の厚さは、一般に0.5～1.5mmである。

【0022】可塑剤としては、この種の中間膜に用いられている公知の可塑剤、例えば、トリエチレングリコールジ-2-エチルヘキソエート、トリエチレングリコールジカプリレート、トリエチレングリコールジ-n-ヘプトエート、トリエチレングリコールジ-2-エチルブチレート、テトラエチレングリコールジ-n-ヘプトエート等が好適に用いられる。

4

【0023】このような可塑剤は、一般に樹脂100重量部に対して20～60重量部が混合される。可塑剤の含有量が20重量部未満であると、合わせガラスの耐食通性が低下する。逆に、可塑剤の含有量が60重量部を越えると、可塑剤がしみ出し、合わせガラスの接着性などに悪影響がある。なお、中間膜の基層には、紫外線吸収剤、光安定剤、酸化防止剤等の公知の添加剤を含有させてもよい。

【0024】上記中間膜の基層は、ポリビニルアセタール樹脂に所定量の可塑剤を配合し、さらに必要に応じてその他の添加剤を配合し、これを例えば押出機により連続溶解しシート状に成形することにより得ることができる。また、ロールで連続溶解した後プレスして得ることもできる。

【0025】請求項1の発明では、基層の一面に極性変性シリコンオイルからなる接着力調整層が設けられ、基層の他面に非極性変性シリコンオイルからなる接着力調整層が設けられる。この極性及び非極性変性シリコンオイルには、必要に応じて他の成分を含有させてもよい。

【0026】極性変性シリコンオイルとしては、例えばカルボキシ変性シリコンオイル、エポキシ変性シリコンオイル、エステル変性シリコンオイル、アミノ変性シリコンオイル、アルコール変性シリコンオイル等が挙げられる。また、非極性変性シリコンオイルとしては、例えばエーテル変性シリコンオイル、 α -メチルスチレン変性シリコンオイル、 α -オレフィン変性シリコンオイル、高級脂肪酸変性シリコンオイル、カルナバ変性シリコンオイル等が挙げられる。これ等の変性シリコンオイルは、ポリシロキサンに変性すべき化合物を反応させて得られる粘潤な液体である。

【0027】これ等の変性シリコンオイルは、一般に水又は適当な溶剤に溶解し、中間膜の基層の表面に塗工され、乾燥されて接着力調整層が形成される。極性変性シリコンオイルの塗布量は、通常 $10^{-1} \sim 10^{-1} \text{ g/m}^2$ 、好ましくは $10^{-2} \sim 10^{-1} \text{ g/m}^2$ である。この塗布量が 10^{-1} g/m^2 未満の場合は接着力調整の効果が得られず、逆に 10^{-1} g/m^2 を超える場合は接着力が低下する。また、非極性変性シリコンオイルの塗布量は、通常 $10^{-1} \sim 10^{-1} \text{ g/m}^2$ 、好ましくは $10^{-1} \sim 10^{-1} \text{ g/m}^2$ である。この塗布量が 10^{-1} g/m^2 未満の場合は接着力調整の効果が得られず、逆に 10^{-1} g/m^2 を超える場合は接着力が低下する。

【0028】請求項2の発明では、基層の両面に極性変性シリコンオイルと非極性変性シリコンオイルとの混合物からなる接着力調整層が設けられる。極性変性シリコンオイル及び非極性変性シリコンオイルとしては、前記と同様な変性シリコンオイルが用いられる。また、この混合物には、必要に応じて他の成分を含有させてもよい。

【0029】極性変性シリコンオイルと非極性変性シリ

(4)

特開平6-211549

5

コンオイルとの重畳比は、変性度合いによっても異なるが、5/95~95/5の範囲が好ましい。両者の重畳比が上記の範囲を外れると、合わせガラスの表裏面でパネル値が異なる恐れがある。

【0030】これ等の変性シリコンオイルの混合物は、一般に水又は適当な溶剤に溶解し、中間膜の基膜の表面に塗工され、乾燥されて接着力調整層が形成される。変性シリコンオイル混合物の塗布量は、通常 10^{-2} ~ 10^{-1} g/m²、好ましくは 10^{-2} ~ 5×10^{-1} g/m²である。この塗布量が 10^{-2} g/m²未満の場合は接着力調整の効果が得られず、逆に 10^{-1} g/m²を超える場合は接着力が低下する。

【0031】請求項1及び2の発明において、変性シリコンオイルの塗工方法としては、例えば、中間膜の基膜面に変性シリコンオイル或いはその溶液を、スプレー又は塗布する方法、ロール表面から転写又は印刷する方法、変性シリコンオイル或いはその溶液に浸漬する方法等が挙げられる。

【0032】脱気性を良くするために、中間膜の押出工程において、エンボスロールにより膜面にエンボスをつける場合は、エンボスロールに変性シリコンオイル或いはその溶液を連続的に付けることにより、膜面にエンボス加工処理と同時に変性シリコンオイルを塗工することも可能である。

【0033】膜面にエンボスが付けられている場合には、例えば、表面のエンボスを変形させないために膜面をあまり溶解しない溶剤を用いるか、又はある程度膜面に馴染ませるために膜と相溶する溶剤を用いることもある。

【0034】こうして得られる中間膜を用いて合わせガラスを製造するには、ガラス板と、内面側に金属酸化物層又は金属層が形成されたガラス板との間に、上記の中間膜を挟持する。ガラス板としては、いずれも一般に無機又は有機の透明なガラス板が使用される。

【0035】金属酸化物層又は金属層は、透明電導性や熱線反射性等の高機能性を付与するためのもので、透明電導性付与のためには、例えば酸化インジウムと酸化錫との混合物(ITO)、酸化錫、酸化亜鉛、金、銀、銅等の被膜が形成される。熱線反射性付与のためには、例えば金、銀、銅、錳、アルミニウム、ニッケル、パラジウム及びこれ等の合金或いは混合物の金属被膜が形成される。

【0036】これ等の金属酸化物層又は金属層は、ガラス板の内面側に直接形成してもよく、或いは一旦適当なシートに金属酸化物層又は金属層を形成しておき、この機能性シートをガラス板の内面側に適当な接着膜(中間膜)を介して接着させてもよい。なお、金属酸化物層又は金属層は、ガラス板の内面側のみならず、ガラス板の内面側と外面側の両面に形成してもよい。

【0037】請求項3の発明のように、基層の一面に設

6

けられた極性変性シリコンオイルからなる接着力調整層と、基層の他面に設けられた非極性変性シリコンオイルからなる接着力調整層とから構成された中間膜を用いる場合は、ガラス板の金属酸化物層又は金属層に極性変性シリコンオイルからなる接着力調整層が当接するように挟持する。

【0038】請求項4の発明のように、基層の両面に極性変性シリコンオイルと非極性変性シリコンオイルとの混合物からなる接着力調整層が設けられた中間膜を用いる場合は、上記のような制限はない。

【0039】次いで、オートクレーブなどの装置を用いてこの積層体を加熱、加圧する。こうして、合わせガラスが製造される。この場合、金属酸化物層又は金属層が形成されたガラス板と中間膜との接着力と、金属酸化物層又は金属層が形成されていないガラス板と中間膜との接着力とは、ほぼ同等であることが耐貫通性の点から好ましい。接着力は、変性シリコンオイルの種類、量、官能基当量を適宜に変えることにより調整することができる。

【0040】図1は、この発明の合わせガラス用中間膜及び合わせガラスの代表的な例を示す分解断面図である。図1(A)において、10はガラス板、11は金属酸化物層又は金属層、21は中間膜の基層、22は極性変性シリコンオイル層、23は非極性変性シリコンオイル層、20は合わせガラス用中間膜、30は合わせガラスである。

【0041】図1(B)において、10はガラス板、11は金属酸化物層又は金属層、21は中間膜の基層、24は極性変性シリコンオイルと非極性変性シリコンオイルとの混合物層、20'は合わせガラス用中間膜、30'は合わせガラスである。

【作用】請求項1記載の中間膜を用いる請求項3の発明によれば、金属酸化物層又は金属層により高機能性(熱線反射性等)が付与され、極性変性シリコンオイルからなる接着力調整層を金属酸化物層又は金属層側に配し、非極性変性シリコンオイルからなる接着力調整層をガラス側に配することにより、中間膜のそれぞれの面で接着力に大きな差の生じることがなく適度に調整される。

【0042】請求項2記載の中間膜を用いる請求項4の発明によれば、金属酸化物層又は金属層により熱線反射性等の高機能性が付与され、極性と非極性の両方の変性シリコンオイルの混合物からなる接着力調整層を用いることにより、接着力調整層中の極性変性シリコンオイルが金属酸化物層又は金属層の表面で効果的に接着力の調整を行い、接着力調整層中の非極性変性シリコンオイルがガラス面で効果的に接着力の調整を行い、中間膜のそれぞれの面で接着力に大きな差がなくなり適度に調整される。

【0043】しかも、上記の変性シリコンオイルは、極性、非極性のいずれもカルボン酸金属塩に比べ耐湿性が良く、また、これ等の変性シリコンオイルは中間膜の基

50

(5)

特開平6-211549

7

層に練り込んだものではないので、ブリードによる経時変化の起こる余地はなく、常に一定量が層状に存在し、温度による接着力の経時変化も防止される。また、練り込みに比べ少量で効果を発揮する。

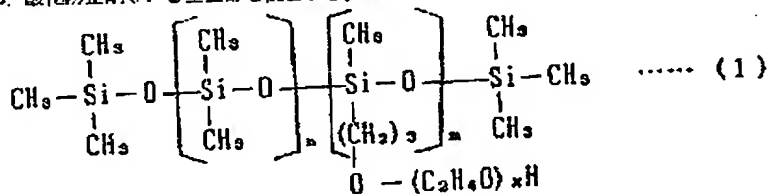
【0044】なお、請求項2及び4の発明は、中間膜の両面に同じ変性シリコンオイルの混合物からなる接着力調整層を設けることが可能で、中間膜の両面に異なる変性シリコンオイルからなる接着力調整層を設ける請求項1及び3の発明に比べ、接着調整剤の塗工の工数を削減できるという利点もある。

【0045】

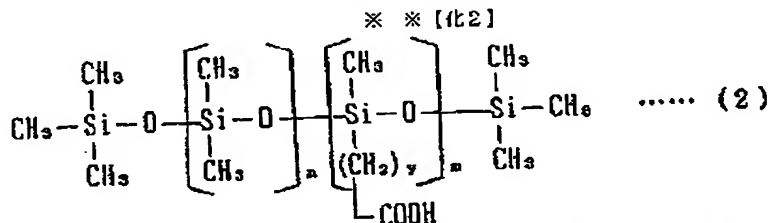
【実施例】以下、この発明の実施例及び比較例を示す。

実施例1

ポリビニルアセタール樹脂として、ブチラール化度65モル%、アセチル化度1モル%、残存ビニルアルコール34モル%で重合度1700のポリビニルブチラール樹脂100重量部に、可塑剤としてトリエチレングリコールジ-2-エチルブチレート40重量部、紫外線吸収剤0.2重量部、酸化防止剤0.2重量部を混合する。*



【0048】



【0049】こうして得られた中間膜を縦305mm×横305mmに裁断し、そのカルボキシル変性シリコンオイル層が導電性ガラスのITOに当接するように、同じ寸法のガラス/ITOの構造を持つ導電性ガラス（厚さ2.5mm）とフロートガラス（厚さ2.5mm）との間に挟み込み、ロールで予備接着した。次いで、130℃のオートクレーブで13 kg/cm²の圧力で圧着して合わせガラスを製造した。この合わせガラスについて、次ぎの方法で、紫外線照射前と後とのパンメル試験を行った。その結果を表2に示す。

【0050】耐光性試験

JIS R3212の耐光性試験に準じ、750Wの石英ガラス水銀灯から230mmの距離に合わせガラスを置き、45℃で200時間照射する。照射前後の合わせガラスのパンメル値を判定する。

パンメル試験

*この混合物を80℃に加熱された二本ロールでよく混練して厚さ0.8mm程度に成形し、これをスパーサーで規制したプレスで150℃に加熱加圧して厚さ0.76mmの中間膜の基層を得た。

【0046】この中間膜の基層の一面に、下記式(1)で表されるポリエーテル変性シリコンオイル(m=10~20, n=10~20, x=2~8)のアセトン溶液をガーゼで薄く塗布し乾燥した。ポリエーテル変性シリコンオイルの塗布量は約10⁻³g/m²であった。また、この中間膜の基層の他面に、下記式(2)で表されるカルボキシル変性シリコンオイル(m=5~15, n=10~20, y=2~8)のアセトン溶液をガーゼで薄く塗布し乾燥した。カルボキシル変性シリコンオイルの塗布量は約10⁻³g/m²であった。その後、これを恒温恒湿室で含水率が0.4~0.5重量%になるように調整した。

【0047】

【化1】

照射前及び照射後合わせガラスを-18℃±0.6℃の温度に16時間調整し、この合わせガラスの中央部(縦150mm×横150mmの部分)を0.45kgのヘッドを有するハンマーで打って、ガラスの粒径が6mm以下になるまで粉碎し、ガラスが部分剥離した後の膜の露出度を、表1によってパンメル値で判定した。

【0051】

【表1】

(5)

特開平6-211549

10

中間膜の露出度 (%)	パンメル値
100	0
95	1
90	2
85	3
80	4
40	5
20	6
10	7
5	8
2	9
0	10

【0052】この発明においては、パンメル値3～7の範囲で、しかも両面に差異の小さい合わせガラスが、耐貫通性及びガラスの飛散防止性が優れるので好ましい。パンメル値が3未満では接着力が低くなり、衝撃等によるガラスの飛散防止性が低下する。逆に、パンメル値が7を越えると接着力が高くなり、衝撃等による合わせガラスの耐貫通性が低下する。

【0053】実施例2

ポリビニルアセタール樹脂として、ブチラール化度65モル%、アセチル化度1モル%、残存ビニルアルコール34モル%で重合度1700のポリビニルブチラール樹脂100重量部に、可塑剤としてトリエチレングリコール-2-エチルブチレート40重量部、紫外線吸収剤0.2重量部、酸化防止剤0.2重量部及び前記式(1)で表されるポリエーテル変性シリコンオイル0.025重量部を混合する。この混合物を80℃に加熱された二本ロールでよく混練して厚さ0.8mm程度に成形し、これをスパーサーで規制したプレスで150℃に加熱加圧して厚さ0.76mmの中間膜の基層を得た。

【0054】この中間膜の基層の一面に、前記式(1)で表されるポリエーテル変性シリコンオイルのアセトン溶液をガーゼで薄く塗布し乾燥した。ポリエーテル変性シリコンオイルの塗布量は約 10^{-4} g/m²であった。また、この中間膜の基層の他面に、前記式(2)で表されるカルボキシル変性シリコンオイルのアセトン溶液をガーゼで薄く塗布し乾燥した。カルボキシル変性シリコンオイルの塗布量は約 10^{-4} g/m²であった。その後、これを恒温恒湿室で含水率が0.4～0.5重量%

になるように調整した。

【0055】こうして得られた中間膜を縦305mm×横305mmに裁断し、そのカルボキシル変性シリコンオイル層が導電性ガラスのZnOに当接するように、同じ寸法のガラス/ZnO/Ag/ZnOの構造を持つ導電性ガラス(厚さ2.5mm)とフロートガラス(厚さ2.5mm)との間に挟み込み、ロールで予備接着した。次いで、130℃のオートクレーブで13kg/cm²の圧力で圧着して合わせガラスを製造した。この合わせガラスについて、紫外線照射前と後とのパンメル試験を行った。その結果を表2に示す。

【0056】実施例3

ポリビニルアセタール樹脂として、ブチラール化度65モル%、アセチル化度1モル%、残存ビニルアルコール34モル%で重合度1700のポリビニルブチラール樹脂100重量部に、可塑剤としてトリエチレングリコール-2-エチルブチレート40重量部、紫外線吸収剤0.2重量部、酸化防止剤0.2重量部及び前記式(1)で表されるポリエーテル変性シリコンオイル0.025重量部を混合する。この混合物を80℃に加熱された二本ロールでよく混練して厚さ0.8mm程度に成形し、これをスパーサーで規制したプレスで150℃に加熱加圧して厚さ0.76mmの中間膜の基層を得た。

【0057】この中間膜の基層の両面に、前記式(1)で表されるポリエーテル変性シリコンオイルと前記式(2)で表されるカルボキシル変性シリコンオイルとの混合物(重量比で前者10/後者1)のアセトン溶液をガーゼで薄く塗布し乾燥した。塗布量は両面とも約 10^{-4} g/m²であった。その後、これを恒温恒湿室で含水率が0.4～0.5重量%になるように調整した。

【0058】こうして得られた中間膜を縦305mm×横305mmに裁断し、同じ寸法のガラス/ITOの構造を持つ導電性ガラス(厚さ2.5mm)とフロートガラス(厚さ2.5mm)との間に挟み込み、ロールで予備接着した。次いで、130℃のオートクレーブで13kg/cm²の圧力で圧着して合わせガラスを製造した。この合わせガラスについて、紫外線照射前と後とのパンメル試験を行った。その結果を表2に示す。

【0059】比較例1

実施例1において、得られた中間膜の基層の両面に、前記式(2)で表されるカルボキシル変性シリコンオイルのアセトン溶液をガーゼで薄く塗布し乾燥した。塗布量は両面とも約 10^{-4} g/m²であった。その後、これを恒温恒湿室で含水率が0.4～0.5重量%になるように調整して中間膜を得た。

【0060】この中間膜を用いること以外は、実施例1と同様に行って合わせガラスを製造した。この合わせガラスについて、紫外線照射前と後とのパンメル試験を行った。その結果を表2に示す。

【0061】比較例2

(7)

特開平6-211549

11

実施例1において、得られた中間膜の基層の両面に、前記式(1)で表されるポリエーテル変性シリコンオイルのアセトン溶液をガーゼで薄く塗布し乾燥した。塗布量は両面とも約 10^{-3} g/m^2 であった。その後、これを恒温恒湿室で含水率が0.4~0.5重量%になるように調整して中間膜を得た。

【0062】この中間膜を用いること以外は、実施例1と同様に行って合わせガラスを製造した。この合わせガラスについて、紫外線照射前と後のパンメル試験を行った。その結果を表2に示す。

【0063】比較例3

実施例1において、得られた中間膜を縦305mm×横305mmに裁断し、そのカルボキシル変性シリコンオイル層がフロートガラスと当接するように、同じ寸法のフロートガラス(厚さ2.5mm)と、ガラス/ITOの構造を持つ導電性ガラス(厚さ2.5mm)との間に挟み込み、ロールで予備接着した。次いで、130℃のオートクレーブで13 kg/cm²の圧力で圧着して合わせガラスを製造した。この合わせガラスについて、紫外線照射前と後のパンメル試験を行った。その結果を表2に示す。

【0064】比較例4

ポリビニルアセタール樹脂として、ブチラール化度65

12

モル%、アセチル化度1モル%、残存ビニルアルコール34モル%で重合度1700のポリビニルブチラール樹脂100重量部に、可塑剤としてトリエチレングリコールジ-2-エチルブチレート40重量部、紫外線吸収剤0.2重量部、酸化防止剤0.2重量部、前記式

(1)で表されるポリエーテル変性シリコンオイル0.025重量部及び酢酸マグネシウム0.2重量部を混合する。この混合物を80℃に加熱された二本ロールでよく混練して厚さ0.8mm程度に成形し、これをスペーサーで規制したプレスで150℃に加熱加圧して厚さ0.76mmの中間膜を得た。

【0065】この中間膜の両面には変性シリコンオイルを全く塗布せずに、この中間膜を縦305mm×横305mmに裁断し、同じ寸法のフロートガラス(厚さ2.5mm)と、ガラス/ITOの構造を持つ導電性ガラス(厚さ2.5mm)との間に挟み込み、ロールで予備接着した。次いで、130℃のオートクレーブで13 kg/cm²の圧力で圧着して合わせガラスを製造した。この合わせガラスについて、紫外線照射前と後のパンメル試験を行った。その結果を表2に示す。

【0066】

【表2】

(8)

特開平6-211549

13

14

		熱線反射面側 (金属酸化物層又は金属層側)		ガラス板面側		パンメル値			
						紫外線照射前		紫外線照射後	
		シリコン オイルの 変性基	塗布量 (g/m ²)	シリコン オイルの 変性基	塗布量 (g/m ²)	熱線反 射面側	ガラス 板面側	熱線反 射面側	ガラス 板面側
実施例	1	加群油基	10 ⁻⁴	ポリ-ア基	10 ⁻³	6	6	5	5
	2	加群油基	10 ⁻⁴	ポリ-ア基	10 ⁻³	6	6	5	5
	3	ポリ-ア基 加群油基 (混合)	10 ⁻³	ポリ-ア基 加群油基 (混合)	10 ⁻³	6.5	6	6	5.5
比較例	1	加群油基	10 ⁻⁴	加群油基	10 ⁻⁴	6	9	6	9
	2	ポリ-ア基	10 ⁻³	ポリ-ア基	10 ⁻³	10	6	9	5
	3	ポリ-ア基	10 ⁻³	加群油基	10 ⁻⁴	10	9	9	8
	4	—	—	—	—	6.8	6.5	3.2	5.5

【0067】

【発明の効果】この発明の合わせガラス用中間膜及び合わせガラスは、上述のように構成されており、この発明の中間膜を用いて得られる合わせガラスは、金属酸化物又は金属層により熱線反射性等の高機能性が付与され、特に極性変性シリコンオイルが金属酸化物又は金属層の表面で適度の接着性を示し、非極性変性シリコンオイルがガラス面で適度の接着性を示し、中間膜のそれぞれの面で接着力に大きな差異の生じることがなく適度に調整され、しかも屋外暴露や紫外線照射及び温度による経時での接着力の低下が防止される。

【0068】したがって、この発明によれば、長期にわたって耐貫通性及びガラスの飛散防止性に優れ、熱線反射性等の高機能を有する合わせガラスを得ることができ、この合わせガラスは、自動車、航空機、建築物などの窓ガラスに好適に使用される。

30 【図面の簡単な説明】

【図1】この発明の合わせガラス用中間膜及び合わせガラスの代表的な二つの例を示す分解断面図である。

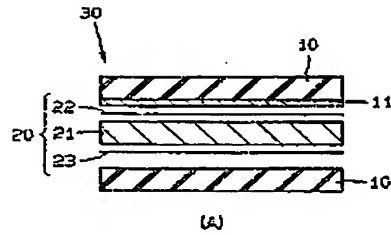
【符号の説明】

- 10 ガラス板
- 11 金属酸化物層又は金属層
- 20 中間膜
- 20' 中間膜
- 21 中間膜の基層
- 22 極性変性シリコンオイルからなる接着力調整層
- 23 非極性変性シリコンオイルからなる接着力調整層
- 24 極性変性シリコンオイルと非極性変性シリコンオイルとの混合物からなる接着力調整層
- 30 合わせガラス
- 30' 合わせガラス

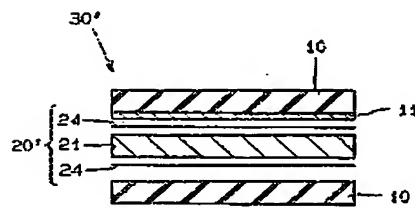
(9)

特開平6-211549

【図1】



(A)



(B)